

KAJIAN METAKAOLINISASI TERHADAP SINTESA ZEOLIT 4A DARI KAOLIN

Affandry Taufik , Fajril Akbar, Silvia Reni Yenti

Jurusan Teknik Kimia Universitas Riau

Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293

Email : affandry90@yahoo.com

Abstract

Zeolite 4A can be used as alternative for replacing phosphate as builder of detergent. It can be synthesized from calcined kaolin. Kaolin in its natural state is less reactive and difficult to form zeolite 4A, therefore kaolin needs to be activated through calcination process. Calcination of kaolin were studied in variation of temperatures from 500°C, 600°C, 700°C, and 800°C. Sodium aluminate and sodium silicate used as reactants in reaction process of synthesis zeolite 4A mixed in 1, 2 and 3 hours, then heated at 80°C for 8 hours. The samples were characterized by infrared spectroscopy. A calcination temperature of 700°C ~ (2 hr) is the optimum for this kaolin to change into a reactive metakaolin which gives zeolite 4A with high crystallinity.

Keywords: calcination, kaolin, metakaolin, synthesis, zeolite 4A

1. Pendahuluan

Proses pembuatan zeolit sintesis masih terus dilakukan di negara-negara maju, seperti Amerika dan Jepang, dengan memanfaatkan bahan alam di negara mereka. Diantara zeolit sintesis, zeolit 4A digunakan dalam industri detergent [Flanigen dkk, 1971]. Bahan pembentuk detergent berfungsi untuk menambah kekuatan detergent [Austin, 1984] dan juga berfungsi untuk melunakkan sifat air, menurunkan kation Ca^{2+} dan Mg^{2+} di dalam air dengan membentuk kompleks [de Lucas dkk, 1992]. Bahan pembentuk detergent dari kompleks fosfat, seperti natrium trifosfat atau tetranatriumfosfat, paling banyak digunakan karena jauh lebih baik dari pada bahan penurun kesadahan yang bisa digunakan untuk menghilangkan ion kation Ca^{2+} dan Mg^{2+} [Austin, 1984].

Walaupun sifat pencuciannya lebih unggul, tetapi penggunaan fosfat pembentuk detergent semakin dikedir, karena fosfat dapat memperbesar eutrophication air permukaan (sungai dan danau-danau), yaitu memperbesar persediaan makana dalam air yang menyebabkan berkembang biaknya ganggang dan tumbuhan lain, sehingga menghilangkan oksigen dalam air yang dibutuhkan bagi kehidupan ikan, dan dapat mengubah sebagian kecil badan air menjadi rawa atau daratan. Oleh karena itu

perlu dibuat pembentuk detergent pengganti dengan bahan tanpa fosfat [Kurzendofer dkk, 1987].

Pada studi tentang penukaran zeolit telah ditunjukkan bahwa zeolit 4A sangat efektif untuk menghilangkan ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} . Berdasarkan alternatif tersebut zeolit 4A dapat digunakan sebagai pengganti fosfat untuk pembentuk detergent [de Lucas dkk, 1992].

Zeolit didefinisikan sebagai kristal aluminasilika yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi. Zeolit terbentuk oleh tetrahedral silika (SiO_4^{4-}) dan alumina (AlO_4^{5-}) dengan rongga-rongganya terisi ion-ion logam, biasanya alkali atau alkali tanah dan molekul air [Robeiro dkk, 1984]. Kaolin dengan rumus kimia $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ adalah batuan yang tersusun dari mineral lempung dengan kandungan besi yang rendah [Sukandarumidi, 1999]. Kaolin umumnya berwarna putih sebagian besar komponen yang terkandung dalam kaolin adalah silika dan alumina. Besarnya kandungan silika dan alumina dalam kaolin, diharapkan kaolin dapat digunakan sebagai bahan dasar sintesis zeolit. Dengan anggapan tersebut diatas dalam penelitian ini akan diteliti pemanfaatan kaolin sebagai bahan dasar sintesis zeolit 4A.

Zeolit 4A dapat di sintesis dari kaolinit yang telah dikalsinasi. kaolinit adalah mineral utama dari kaolin. hasil kalsinasi dari kaolinit dapat digunakan untuk sintesis zeolit atau penyaring molekul dengan perlakuan hydrothermal dalam media alkali. Nilai rasio molar Si / Al dalam metakaolinit (suatu padatan lebih reaktif dari pada kaolinit) adalah sama dengan satu, dan bersesuaian untuk komposisi zeolit 4A [Murat dkk, 1992]. Namun sifat kaolin yang kurang reaktif menyebabkan sulit terbentuknya zeolit 4A, sehingga diperlukan kalsinasi kaolin menjadi metakaolin agar kaolin menjadi lebih reaktif, Suhu kalsinasi kaolin menjadi metakaolin berbeda-beda karena perbedaan komposisi dari tiap-tiap deposit, sehingga diperlukan mencari suhu kalsinasi kaolin menjadi metakaolin yang optimum pada proses sintesa zeolit. Dalam penelitian ini dipelajari suhu kalsinasi kaolin menjadi metakaolin dan pengaruhnya pada pembentukan struktur zeolit 4A.

1.1 Tujuan

1. Mendapatkan suhu metakaolinisasi yang optimum pada sintesis zeolit pembentuk deterjen dari bahan kaolin.
2. Dengan mempelajari kondisi tersebut diatas dari segi kimianya diharapkan akan menghasilkan prosedur pembuatan zeolit sintesis.

2. Bahan dan Metode

2.2 Bahan

Kaolin, NaOH, Al(OH)₃, Akuades.

2.3 Metakaolinisasi Kaolin

[Kovo,2011] melaporkan bahwa kaolin dalam keadaan alaminya kurang reaktif dan membentuk hydrosodalit ketika direaksikan dengan sodium hidroksida. Pada sintesis zeolit, kaolin perlu diubah menjadi reaktif melewati proses yang disebut metakaolinisasi atau dehidrokilasi sebelum zeolinisasi dilaksanakan. Proses metakaolinisasi termasuk penghilangan hidrogen dan rangka oksigen. Proses ini seringkali dilakukan dengan metoda kalsinasi pada 550°C sampai 900°C dan reaksinya dapat terlihat pada Gambar 2.1. Namun pada penelitian kali ini akan diteliti suhu metakaolinisasi antara 500°C sampai 800°C.

2.4 Pembuatan Reaktan

Bahan reaktan yang digunakan dalam sintesis zeolit adalah natrium silikat dan natrium aluminat.

2.5 Pembuatan Larutan Natrium Silikat

Larutan natrium silikat dibuat dengan melebur 25 gram sampel kaolin dan 62,5 gram NaOH, kemudian dikalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 menit. Setelah dingin, leburan tersebut diberi akuades secukupnya dan dibiarkan selama 24 jam agar larut sempurna. Larutan kemudian disaring dan diencerkan sampai 250 ml.

2.6 Pembuatan Larutan Natrium Aluminat

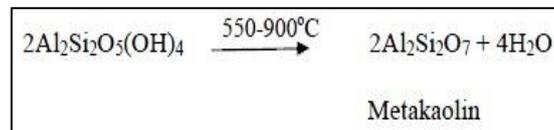
Larutan aluminat dibuat dengan melarutkan 30,50 gram NaOH dalam 100 ml akuades dan dipanaskan. Kedalam larutan ini dimasukkan sebanyak 21,65 gram Al(OH)₃ sambil diaduk. Setelah semua Al(OH)₃ larut kemudian diencerkan sampai 250 ml.

2.7 Proses Sintesa

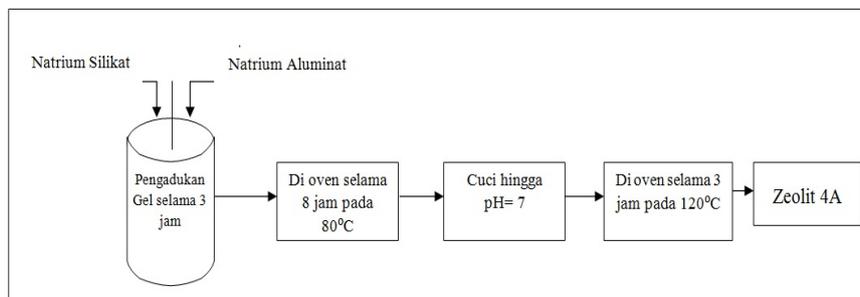
Proses sintesis zeolit dilakukan dengan menambahkan larutan natrium aluminat secara perlahan ke dalam larutan natrium silikat dengan perbandingan yang telah ditentukan, sambil diaduk selama 2 jam dan akan terbentuk gel yang berwarna putih. Kemudian dilakukan sintesis pada temperatur 80°C selama 8 jam. Hasil sintesis disaring dan dicuci dengan

akuades sampai pH netral, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 120°C selama 3 jam seperti pada Gambar 2.2. Cuplikan hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan alat spektrofotometer inframerah.

Untuk memperkuat kebenaran hasil karakterisasi dari spektrofotometer inframerah, maka dilanjutkan karakterisasi dengan menggunakan Difraktometer sinar-X.



Gambar 2.1 Reaksi metakaolinisasi kaolin [Kovo,2011]



Gambar 2.2 Diagram Alir Proses Sintesis Zeolit 4A

2.8 Karakterisasi Zeolit

Pada penelitian ini, karakterisasi zeolit dilakukan menggunakan spektrofotometri inframerah untuk mengetahui terbentuknya zeolit, Karakterisasi yang merupakan ciri khas terbentuknya zeolit 4A ditandai dengan adanya pita serapan pada bilangan gelombang 1250-950 cm^{-1} , 650-500 cm^{-1} , 500-420 cm^{-1} , dan 420-300 cm^{-1} . Setelah uji ini memberikan karakterisasi berupa serapan vibrasi dari zeolit, maka untuk membuktikan kebenaran tersebut perlu dilanjutkan karakterisasi dengan menggunakan difraktometer sinar-X.

3. Hasil dan Pembahasan

Karakterisasi yang merupakan ciri khas terbentuknya zeolit 4A ditandai dengan adanya pita serapan pada bilangan gelombang 1250-950 cm^{-1} , 650-500 cm^{-1} , 500-420 cm^{-1} , dan 420-300 cm^{-1} . Serapan pada bilangan gelombang 1250-950 cm^{-1}

menyatakan adanya rentang asimetri dari ikatan TO_4 tetrahedral. Serapan pada bilangan gelombang 650-500 cm^{-1} merupakan serapan vibrasi cincin ganda polihedral kerangka zeolit. Serapan pada bilangan gelombang 500-420 cm^{-1} menyatakan serapan vibrasi tekuk ikatan TO_4 . Serapan pada bilangan gelombang 420-300 cm^{-1} menyatakan adanya pori terbuka dari zeolit. Spektrogram inframerah pada daerah bilangan gelombang 1500-400 cm^{-1} hasil penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 3.1.

Dari hasil spektrogram tersebut diatas dapat dinyatakan bahwa, untuk beberapa variasi suhu metakaolinisasi dihasilkan pita serapan yang sesuai dengan karakterisasi zeolit 4A. Untuk menentukan suhu metakaolinisasi yang lebih baik, dapat ditentukan dengan membandingkan rasio serapan pada bilangan gelombang 650-500 cm^{-1} dan 500-420 cm^{-1}

Dari Tabel 3.1 dapat diketahui bahwa untuk suhu metakaolinisasi 500°C rasio serapannya sebesar 0, dimana tidak terdapat puncak pada rentang 650-500cm⁻¹ dikarenakan tidak terbentuknya kerangka zeolit 4A, suhu metakaolinisasi 600°C rasio serapannya sebesar 0,54061 yang menunjukkan bahwa kerangka zeolit 4A yang terbentuk lebih sedikit dibandingkan ikatan TO₄ yang terbentuk, untuk suhu metakaolinisasi 700°C rasio serapannya sebesar 1,5621 hal ini menunjukkan kerangka zeolit yang terbentuk lebih besar dari kerangka TO₄ yang terbentuk, sedangkan untuk suhu metakaolinisasi 800°C rasio serapannya sebesar 1,03288

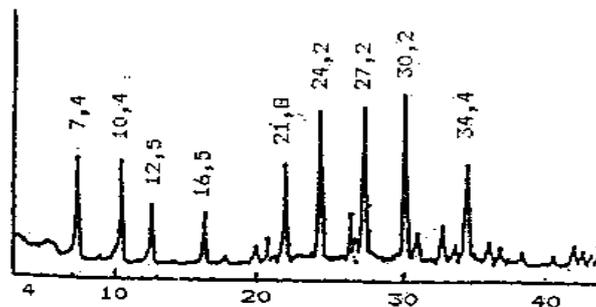
menunjukkan kerangka zeolit yang terbentuk sedikit lebih besar dari kerangka TO₄ yang terbentuk. Dari data rasio serapan tersebut dapat dinyatakan bahwa suhu metakaolinisasi 700°C lebih baik dibandingkan dengan suhu metakaolinisasi yang lain. Semakin besar harga rasio serapan yang didapat, berarti semakin besar pula serapan yang terjadi pada daerah bilangan gelombang 650-500 cm⁻¹, yang menyatakan banyak terbentuk cincin ganda dari tetrahedral TO₄. Semakin besar harga rasio serapan yang didapat maka semakin besar kristalinitas zeolit 4A yang terbentuk

Tabel 3.1 Data Rasio Pita Serapan IR untuk Variasi Suhu metakaolinisasi

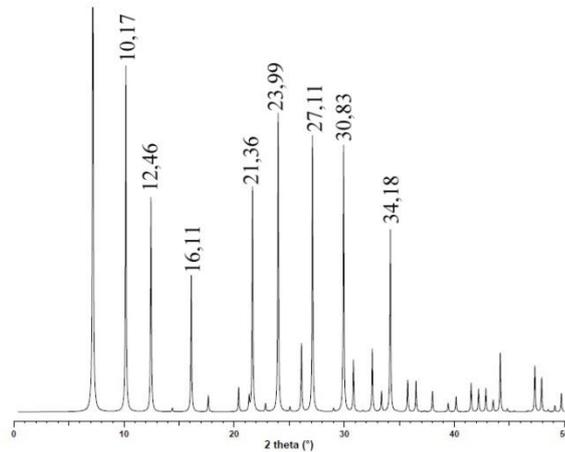
Suhu Metakaolinisasi	Pita Serapan IR				Rasio Luas Area Serapan
	650-500 cm ⁻¹	Luas Area Serapan	500-420 cm ⁻¹	Luas Area Serapan	
500°C	-	-	462,92	57,719	-
600°C	540,07	87,471	462,92	161,802	0,54061
700°C	547,78	79,084	462,92	50,625	1,5621
800°C	555,55	62,831	462,92	60,831	1,03288

Untuk memperkuat kebenaran hasil karakterisasi dari spektroskopi inframerah, maka dilanjutkan karakterisasi dengan menggunakan difraktometer sinar-x. Karakterisasi zeolit hasil penelitian ini diukur pada daerah sudut difraksi (2θ) dari

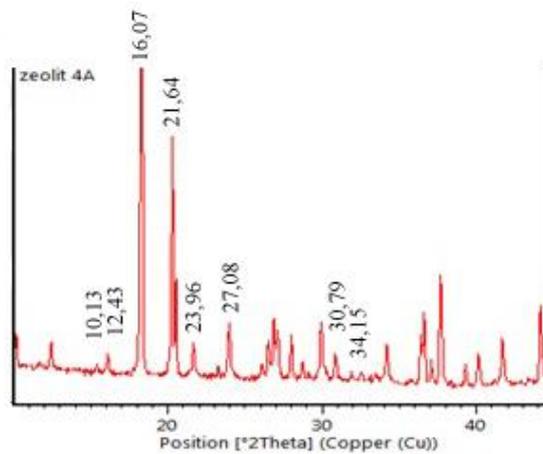
4° hingga 40°. Untuk menguji kebenaran hasil sintesis ini, dilakukan dengan cara membandingkan pola difraksi zeolit 4A dengan hasil penelitian Murat dkk. (1992). Pola difraksi zeolit 4A Murat dkk.(1992) disajikan pada Gambar 4.6.



(a)



(b)



(c)

Gambar 3.2 Difraktogram (a) Murat dkk.(1992), (b) Zeolit 4A komersil, (c) Zeolit 4A Hasil Penelitian

Perbandingan sudut 2θ ($^\circ$) dan nilai d (Å) zeolit 4A Murat dkk.(1992), Zeolit 4A komersil dan zeolit 4A hasil penelitian dapat dilihat pada Tabel 3.2 dibawah ini :

Tabel 3.2 Perbandingan Zeolit 4A Murat dkk.(1992) dan Zeolit 4A komersil dengan Zeolit 4A Hasil Penelitian

Sudut 2θ ($^\circ$)			Nilai d (Å)		
Zeolit 4A Komersil	Zeolit 4A Murat dkk.(1992)	Zeolit Hasil Penelitian	Zeolit 4A Komersil	Zeolit 4A Murat dkk.(1992)	Zeolit Hasil Penelitian
10,17	10,4	10,13	8,71	8,71	8,72
12,46	12,5	12,43	7,10	7,11	7,11
16,11	16,5	16,07	5,50	5,51	5,51
21,36	21,8	21,64	4,16	4,10	4,10
23,99	24,2	23,96	3,70	3,71	3,71
27,11	27,2	27,08	3,28	3,27	3,29
30,83	30,2	30,79	2,90	2,98	2,90
34,18	34,4	34,15	2,62	2,62	2,62

Dari Tabel 3.2 dapat dimati bahwa analisa Sinar-X hasil penelitian ini mirip dengan hasil Murat dkk.(1992) dan Zeolit 4A komersil dengan harga pori terbuka d (\AA) sebesar 4,1 hasil penelitian ini yaitu 4,1

Dengan membandingkan harga 20 dan harga d (\AA) zeolit hasil sintesis dengan zeolit 4A (Murat dkk., 1992) dan Zeolit 4A komersil, maka dapat disimpulkan bahwa zeolit hasil sintesis pada penelitian ini merupakan zeolit 4A.

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, dapat diambil beberapa kesimpulan, yaitu :

1. Kaolin dapat digunakan sebagai sumber silika pada sintesis zeolit 4A karena kadar silika dan aluminyanya yang tinggi.
2. Dari hasil karakterisasi menggunakan spektroskopi inframerah menyatakan bahwa suhu metakaolinisasi 700°C merupakan kondisi optimum metakaolinisasi pada sintesis zeolit 4A.

5. Daftar pustaka

Austin, G. T., 1984, *Shereve's Chemical Industries*, 5th ed., McGraw-Hill Book Company, New York.

de Lucas, A., Uguina, M. A., Covian, I., dan Rodrigues, L., 1992, *Synthesis of 13 X Zeolite from Calcined Kaolins and Sodium*

Silicate for use in Detergens, Ind. Eng. Chem. Res., 31 2134 – 2140.

Flanigen, E.M., Khatami, H., dan Szimanzki, H.A., 1971, *Infrared Structure Studies of Zeolit Framework, Molecular Sieve Zeolit-I*, American Society Advances in Chemistry Series No.101. Washington D.C., 201-229.

Kovo.A.S. 2011. *Development Of Zeolites And Zeolite Membranes From Ahoko Nigerian Kaolin*.Thesis. School Of Chemical Engineering And Analytical Science,University of Manchester,UK.

Kurzendofer, C. P., Liphrd, M., von Rybinski, W., dan Schwerger, M., 1987, *J.Sodium-Alimunium Silicates in the washing process. Part IX: Mode of Action of Zeolite A additive System*, *Colloid Polym-Sci*, 265, 542-7.

Murat, M., Anokrane, A., Bastide, J.P., and Montanaro, L., 1992, *Synthesis of Zeolite from Thermally Activated kaolinite. Some Obsevation on Nucleation and Growth*, *Clay Mineral*, 27, 119-130.

Ribeiro, R. F., Ridrigues, A. E., Rollman, L. D., dan Naccache, C., 1984, *Zeolite : Science and Technology*, Martinus Nijhoff Publishers, Netherland, 3-12.

Sukandaumidi, 1999, *Bahan Galian Industri*, Gajah Mada University Press, Yogyakarta, 185 – 186.